

Bericht	Laborbericht
Titel	
Silizium für Solarzellen - Herstellung von Si-Bändern nach der S-Web-Technik	
(Thema 3922)	

Vertraulichkeitsgrad
vertraulich

Bereich (UB/ZBer, GB/HBer)

ZT ZFE / B WDH
Herausgebende Dienststelle

FKE 3 / SMS SME

Ort und Datum

Mch P, 16. März 1983

Aktenzeichen

LB-Nr. FKE-3-434

Textseiten / Anlagen

23

Verteiler

Name	Dienststelle	Standort
—	ZT TDI 11	München P
Hr.Dr.Grimm	Vacuumschmelze	Hanau
Hr.Dr.Zaininger	CRT	Princeton Z
Hr.Dr.Stein	B WDH	Mch B Z
Hr.Dr.Hintringer	B WDH SMS	Mch F
Hrn.Dr.Reuschel/Dr.Dietze	B WDH SMS SM	Mch F
Hrn.Dr.Cammerer/Hecht	B WDH SMS ZT	Mch F Z
Hr.Hollaus	B WDH SMS Syst T	Mch F
	<u>B WDH SMS SME</u>	<u>Mch P 2x</u>
Hr.Dr.Fuchs	VPA PA ZT	Mch W/Fr
Hr.Prof.Dr.Heywang	ZT ZFE	Mch P Z
Hr.Dr.Pfisterer	ZT ZFE AM	Mch P Z
Hr.Dr.Fuchs	ZT ZFE AM 1	Mch P
Hr.Dr.Thomann	ZT ZFE AM 4	Mch P Z
Fr.Dr.Grabmaier	ZT ZFE AM 411	Mch P
Hr.Dr.Winstel	ZT ZFE FKE	Mch P
Hrn.Dr.Weyrich/Glasow	ZT ZFE FKE 2/22	Mch P/Erl
Hr.Dr.Rosenberger	ZT ZFE FKE 3	Mch P
Hr.Dr.Grabmaier	ZT ZFE FKE 33 (B WDH SMS SME)	Mch P
Hr.Dr.Plättner	ZT ZFE FKE 331	Mch P
Hr.Dr.Aulich	ZT ZFE FKE 333	Mch P
	ZT ZFE FKE 333	Mch P
	ZT ZFE-Akten	Erl 2x

Weitergabe sowie Vervielfältigung dieser Unterlage, Wertung und Mitteilung ihres Inhalts nicht gestattet, soweit nicht ausdrücklich zugestanden. Zuwiderhandlungen verpflichten zu Schadensersatz. Alle Rechte vorbehalten, insbesondere für den Fall der Patenterteilung oder GW-Eintragung.

Bericht

Laborbericht

Vertraulichkeitsgrad

vertraulich

Titel

Silizium für Solarzellen - Herstellung von Si-Bändern nach der S-Web-Technik

(Thema 3922)

Bereich (UB/ZBer, GB/HBer)

ZT ZFE / B WDH
Herausgebende Dienststelle

FKE 3 / SMS SME

Ort und Datum

Mch P, 16. März 1983

Aktenzeichen

Textseiten / Anlagen

LB-Nr. FKE-3-434

23

Verfasser, Dienststelle

Fernsprecher

Gegenzeichnung

Dr. Falckenberg, Richard

FKE 333

44395

Bernewitz, Lore

SMS SME

44860

Windisch, Hans

SMS SME

44395

F. J. J. J. J.

Zusammenfassung

Berichtet wird über Arbeiten an der S-Web-Anlage II zur Herstellung von Si-Bändern im Zeitraum von der Aufstellung der Anlage im Februar 82 bis Dezember 82.

Die Schwerpunkte der Entwicklung waren Bandgröße, gleichmäßige Banddicke, glatte Oberfläche, Reproduzierbarkeit und einfache Prozeßkontrolle. Erreicht wurden:

- Bandlängen bis zu 1 m bei 60 mm Breite und ca. 0,4 mm Dicke; Ziehgeschwindigkeit ca. 3 cm/min.
- Einseitige Überschichtung der Carbonfasernetze mit einer Restwelligkeit der Oberfläche von $\approx 50 \mu\text{m}$.
- Konstanz der Banddicke über die Breite innerhalb von $\pm 25 \%$.
- Gute Reproduzierbarkeit hinsichtlich Größe, Dicke und Oberfläche.
- Prozeßkontrolle durch Beobachtung des Kristallisationsvorganges auf einem Monitor.

An Problemen wurden im wesentlichen sichtbar:

- Eine mit zunehmender Bandbreite wachsende Verspannung der Bänder.
- Störungen der glatten Bandoberfläche durch gelegentlich herausragende Carbonfaserenden.

Als Schwerpunkte der weiteren Arbeiten sind ins Auge gefaßt:

- Verringerung des Verunreinigungsgehalts des Si-Bandes durch Verwendung gereinigter Carbonfasernetze.
- Steigerung der Kristallqualität und der Oberflächenqualität des Si-Bandes.

(Für Verteiler ist Formblatt S 5042 zu verwenden)

Stichwörter (5-10 Begriffe, die den Inhalt kennzeichnen)

1. Einleitung

Das S-Web-Verfahren als möglicher Weg zur Herstellung von billigem Flächensilizium für Solarzellen wurde bereits in einer Anzahl von Berichten und Veröffentlichungen beschrieben /1-7/. Zur Entwicklung des Verfahrens stehen derzeit eine kleine Laboranlage (S-Web-Anlage I) und eine große modifizierte Tiegelziehanlage (S-Web-Anlage II) zur Verfügung. Während Anlage I zu Prinzipversuchen dient, werden an Anlage II Bandziehversuche durchgeführt mit dem Endziel, S-Web-Bänder im kontinuierlichen Verfahren für die Solartechnik herzustellen. Im vorliegenden Bericht werden die an Anlage II im Zeitraum von Mai bis Dezember 82 durchgeführten Arbeiten beschrieben.

Die Anlage wurde nach Beendigung der Aufbau- und Justierarbeiten im März 82 erstmals in Betrieb genommen. Bis zur Auslieferung von Carbonfaser-Netzen im Mai 82 wurden Tauchversuche mit lasergeschnittenen Graphitplatten durchgeführt, ähnlich den Versuchen, wie sie in Anlage I durchgeführt und im Halbjahrsbericht /8/ beschrieben wurden. Ende Mai wurden Bandziehversuche aufgenommen. Die Versuche gehören zum ersten Teil eines Untersuchungsprogramms, das im einzelnen folgende Abschnitte vorsieht:

1. Reproduzierbare Herstellung langer (≈ 1 m), gleichmäßig dicker (0,2 - 0,5 mm), bis 10 cm breiter Si-Bänder bei kleinen (3 - 5 cm/min) Ziehgeschwindigkeiten; Verwendung der derzeit erhältlichen nicht nachgereinigten Carbonfasernetze.
2. Verringerung des Verunreinigungsgehaltes, besonders durch Verwendung nachgereinigter Carbonfasernetze.
3. Steigerung der Kristallqualität und der Oberflächenqualität der Bänder.

Im folgenden wird über den Stand berichtet, der bei den Arbeiten zu Abschnitt 1 des Programms erreicht wurde.

2. Prinzip des Verfahrens

Die Herstellung von Flächensilizium nach dem S-Web-Verfahren ist bekanntlich gekennzeichnet durch die Verwendung eines Carbonfasernetzes, dessen Maschenöffnungen mit einem Si-Film gefüllt werden. Die verschiedenen Möglichkeiten der Füllung der Maschen mit Si-Schmelze wurden schon früher systematisch zusammengestellt /4/. Die für die vorliegende Arbeit gewählte Technik ist durch folgende Eigenschaften gekennzeichnet:

- Beschichtung des Netzes über Ziehdüse aus Graphit
- Ziehrichtung senkrecht nach oben
- Nachführung der Schmelze von unten über Kapillaren
- Graphitnetze der Maschenweite $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$
- Kontinuierliche Kristallisation, d.h. Wachstumsgeschwindigkeit $\lesssim 5 \text{ cm/min}$.

Versuche hierzu waren bereits an S-Web-Anlage I durchgeführt worden und hatten die prinzipielle Brauchbarkeit dieser Technik gezeigt /6/.

3. Experimentelles

3.1 Ziehanlage

Eine alte Si-Tiegelziehanlage (Baujahr 71) des Fabrikats Norton, Fassungsvermögen 7,5 kg Si, wurde zur Bandziehanlage umgebaut /9/. Abb. 1a zeigt die Prinzipskizze der Apparatur. Das Carbonfasernetz (1) wird von einer Spule (2) abgewickelt, über eine Umlenkrolle (3) nach oben durch eine Beschichtungsvorrichtung (4) geführt und auf eine zweite Spule (5) aufgewickelt. Abb. 1b zeigt die Ansicht der Gesamtapparatur. Die Auslegung erfolgte so, daß derzeit Bänder

in vertikaler Richtung bis zu einer Länge von 1,80 m und einer Breite von 10 cm unter Vakuum ($\approx 10^{-2}$ Torr) oder Schutzgas gezogen werden können. Ein zylindrischer Vakuumsessel mit einer Reihe von Flanschen wurde zusätzlich eingefügt, um die Beobachtungsmöglichkeiten zu verbessern, den Einbau von Heiz- und Kühlvorrichtungen zu erleichtern und in einer späteren Ausbaustufe das Abziehen von Bändern auch in horizontaler Richtung zu ermöglichen. Eine zweistöckige Arbeitsbühne wurde aufgestellt, um eine sichere Bedienung der Anlage (Höhe 4,30 m) zu gewährleisten.

Die Eingangsleistung der Apparatur beträgt 80 kW; außerdem ist eine Zusatzheizung von 15 kW vorgesehen. Die Stromversorgung erfolgte aus dem stabilisierten Netz.

3.2 Graphitanordnung: Schmelzwanne, Ziehdüse, Halterungen, Heizer, Isolation, Netzführung-----

3.2.1 Schmelzwanne und Ziehdüse

Abb. 2a zeigt die Ansicht von Schmelzwanne und Ziehdüse. Die Schmelzwanne war seitlich neben der Ziehdüse angebracht; die Si-Schmelze konnte aus der Wanne über Kapillarkanäle an der Innenseite einer Längswand zu dem über dem Schmelzpegel liegenden Zehspalt hochsteigen. Die Innenabmessungen der Wanne betragen $120 \times 20 \times 24 \text{ mm}^3$. Abb. 2b zeigt einen Querschnitt durch Wanne und Ziehdüse, aus dem die Lage der Kapillaren und die Form der Ziehdüse hervorgeht.

3.2.2 Heizer

Zwei verschiedene Heizer wurden erprobt. Zunächst wurde der für das Ziehen von Einkristallen vorgesehene meanderförmig ausgebildete Rundheizer unverändert übernommen (Abb. 3a). Der Innendurchmesser betrug 235 mm, die Höhe 295 mm; der Anschluß an die Stromdurchführungen erfolgte mittels Graphitschrauben M8 über 2 Graphitschuhe. Später

wurde ein der Form von Ziehdüsen und Schmelzwanne angepaßter Heizer mit Rechteckform konstruiert und gebaut (Abb. 3b); Länge, Breite und Höhe betragen resp. 205, 74 und 90 mm (Innenmaße); die vier Seitenteile wurden verschraubt (M8).

3.2.3 Halterung

Ziehdüse und Wanne mußten im Heizer gehalten werden. Drei verschiedene Halterungen wurden erprobt:

Im Rundheizer

Halterung I Seitliche Abstützung der Wanne in einem Graphittiegel großer Wärmekapazität (Abb. 3a).

Halterung II Aufhängung am Deckel der Abschirmung.

Im Rechteckheizer

Halterung III Abstützung von unten an dünnen Platten, die über Stäbe am Abschirmzylinder gelagert waren (Abb. 3b).

3.2.4 Isolation

Abb. 3b zeigt die Isolation. Sie bestand aus einem Graphitzylinder (2), der den Heizer (1), die Schmelzwanne und die Halterungen umschloß und mit 2 Lagen Graphitfilz (4) umwickelt war. Der Zylinder stand auf einer mit Graphitfilz isolierten Graphitplatte und war mit einem Graphitdeckel mit Schlitzen für den Netzein- und Netzauslauf verschlossen. Der Rechteckheizer (1) war zusätzlich mit filzbedeckten Seitenplatten (3) abgeschirmt.

3.2.5 Netzführung

Abb. 4a-c zeigen die Netzführung von der Abspulrolle (a) durch die Heizvorrichtung (b) zur Aufwickelrolle (c). Neben der Abspulrolle wurde eine Spannrolle angebracht, die zur

straffen und ebenen Führung des Netzes diene. Die Aufspulrolle konnte wegen der geringen thermischen Belastung aus Alu gefertigt werden.

3.3 Temperaturmessung

Die Temperaturmessung erfolgte pyrometrisch. Das verwendete Pyrometer der Fa. Kleiber war mit Optik, Zieleinrichtung, IR-Wandler und Meßverstärker mit linearisiertem Ausgang ausgerüstet. Der Meßfleckdurchmesser betrug bei einem Abstand von 40 cm etwa 1 mm. Verschiedene Meßstellen wurden auf ihre Eignung untersucht; im folgenden angegebene Temperaturen beziehen sich auf Messungen an der Spaltseitenwand (Abb. 2b). Eine näherungsweise Eichung erfolgte mit Hilfe des Schmelzpunktes von Si.

3.4 Beobachtungsvorrichtung

Zur Beobachtung von Maschenfüllung und Kristallisation wurde eine TV-Kamera an der Apparatur angebracht (Abb. 1b). Der Kamera war ein Fernrohr sowie ein auf die Optik abgestimmter Adapter vorgesetzt; die Vergrößerung auf dem Monitor war 4x.

3.5 Carbonfasernetz

Die Carbonfasernetze wurden von Sigri, Meitingen, bezogen /10/. Die Webart war geschränkt mit Ganzdreher in Kettrichtung; die Schußfäden standen an den Gewebelängsseiten frei ab. Die Netzfäden (Qualität NF = Normalfest), sog. Roovings, bestanden aus je 1000 Einzelfasern (Filaments, Durchmesser 7 μ m) und wurden für den Webprozeß mit einer Schlichte (Epoxidharz, ca. 1 %) versehen. Vor Verwendung der Netze wurde die Schlichte mit einer H_2/O_2 -Flamme abgebrannt. Hauptverunreinigungen im Netz waren Mg, Ca und Zn (10^{-1} - 10^{-2} %) /11/. Bei mikroskopischer Betrachtung ließen die Roovings abstehende Filamente erkennen.

Die Netze wurden mit Maschengrößen von 5 x 5, 7,5 x 2,5, 5,0 x 2,5 und 2,5 x 2,5 mm² bezogen. Für die vorliegende Arbeit wurden Netze der Maschenweite 2,5 x 2,5 mm² verwendet.

4. Beschichtung des Carbonfasernetzes

Die Beschichtung des Carbonfasernetzes erfordert längs der Ziehdüse eine weitgehend konstante Temperatur sowie eine zum Spalt symmetrische Netzführung. Als Mittel zur Einstellung der Temperatur dienten

- Heizer mit Regelung,
- Anordnung bzw. Formgebung von Wanne und Ziehdüse im Heizer,
- Wärmeabschirmung und Isolation.

Zur Kontrolle der Temperatur wurden zwei Methoden benützt

- pyrometrische Messung an einem Punkt in der Nähe der Spaltmitte zur Beobachtung des zeitlichen Temperaturverlaufs (Abb. 2b),
- visuelle Beobachtung des Kristallisationsprofils zur Beurteilung der Temperaturverteilung längs des Spaltes (siehe unten, Abb. 8a-e).

Zur gleichmäßigen Beschichtung des Netzes wurden spezielle Aufwickelvorrichtungen und eine Spannrolle entwickelt.

Im folgenden werden Temperaturverlauf, Kristallisationsprofile und Netzbeschichtung behandelt.

4.1 Temperaturverlauf

Der Temperaturverlauf während des Prozesses ist in Abb. 5 dargestellt. In Phase I wurde die Apparatur bei etwa 1350°C in thermisches Gleichgewicht gebracht; in Phase II wurde, während das Netz bereits lief, die Temperatur so weit erhöht, daß das in der Schmelzwanne befindliche Si aufschmolz,

durch die Kapillaren zum Spalt gelangte und diesen füllte; in Phase III wurde die Temperatur langsam abgesenkt, bis Kristallisation der Schmelze am Netz erfolgte. Nach etwa einstündigem Ziehen war die Schmelzwanne entleert. Die folgende Abkühlung (Phase IV) schloß den Ziehvorgang ab.

4.2 Kristallisation

In Phase III (Abb. 5) wird während der Netzbewegung die Temperatur langsam abgesenkt, bis kontinuierliche Kristallisation der Schmelze am Netz erfolgt. Die Kristallisation setzt im allgemeinen nicht bei allen nebeneinanderliegenden Maschenreihen gleichzeitig ein. Von Reihe zu Reihe entsteht eine Phasenverschiebung, deren Größe vom Temperaturverlauf längs der Ziehdüse sowie von Ziehgeschwindigkeit und Temperaturabsenkrate abhängt. Es entstehen Kristallisationsprofile, von denen einige in den Abb. 6a-e gezeigt sind. Die Kristallisation begann je nach der Temperaturverteilung in der Ziehdüse in einer der Randzonen (Abb. 6a), in beiden Randzonen (Abb. 6b) oder in der mittleren Zone (Abb. 6c,d). Bei weiterem Absenken der Temperatur verbreitern sich die Zonen. Sind die Temperaturunterschiede längs der Ziehdüse klein, so erhält man schließlich eine völlige Beschichtung des Netzes (Abb. 6a,b, unten). Sind die Unterschiede groß, so erstarrt die Schmelze in der Ziehdüse und das Band wird "fest", bevor (Abb. 6e) oder kurz nachdem (Abb. 6d) das Netz über die ganze Breite beschichtet ist. Aus der Temperaturdifferenz zwischen dem Einsetzen der Kristallisation und der völligen Beschichtung des Bandes kann man die Temperaturdifferenzen längs der Ziehdüse zu etwa 7° abschätzen.

Dem Kristallisationsprofil entspricht ein Dickenprofil des S-Web in der Weise, daß entlang der zuerst auskristallisierenden Zonen die Dicke groß, in den später kristallisierenden relativ geringer ist. Die über die Webbreite erreichte Gleichmäßigkeit zeigt das Dickenprofil in Abb. 7.

Die Webenden weisen generell eine Verdickung auf; die Temperatur während des Ziehprozesses liegt hier etwas tiefer, da das Verhältnis Si-Volumen zu abstrahlender Oberfläche größer ist als im mittleren Web-Bereich. Ohne Berücksichtigung der Webenden (mit einer Länge von je 5 mm) beträgt die mittlere Dicke $0,5 \text{ mm} \pm 25 \%$; in dieser Dicke inbegriffen war der nicht inkorporierte Netzanteil auf der Webunterseite mit $0,1 - 0,2 \text{ mm}$.

Die Gleichmäßigkeit der Webdicke war gestört, wenn bei einer Spaltbreite von $\sim 0,9 \text{ mm}$ die Lippenbreite $\geq 0,3 \text{ mm}$ war. Das Wachstum war dann nicht mehr durch die Lippenaußenkanten bestimmt (edge-defined) und die Benetzungshysterese zwischen Si-Schmelze und Graphit führte dazu, daß der Ansatz der Schmelze auf der Lippe weder zeitlich noch lokal konstant blieb. Die Änderungen des Ansatzes führten zu momentanen Dickenänderungen.

Die Si-Schicht wuchs am Netz polykristallin auf; die Kornstruktur wies eine Vorzugsrichtung in Ziehrichtung auf (Abb. 8a). Die Körner waren bei geeigneten Ziehbedingungen fadenüberschreitend (Abb. 8b), typische Korngrößen lagen bei $6 \times 0,3 \text{ mm}^2$.

4.3 Beschichtung des Netzes

Die Beschichtung des Netzes ging in zwei Stufen vor sich:

- Einführung des Netzes in die Si-Schmelze.
- Einbau des Netzes in die erstarrende Schmelze.

Die Einführung in die Schmelze erfolgte an der unteren Öffnung der Ziehöse. Infolge der Wirkung von Kapillarkräften war das Netz bereits vor Erreichen des Spaltes mit Si-Schmelze getränkt; SiC-Bildung hatte zur Versprödung geführt. Um ein Hängenbleiben der abgespreizten versprödeten Enden der Schußfäden im Spalt zu vermeiden, lie-

fen die jeweils äußersten Maschenreihen außerhalb der Zieh-
düse (siehe z.B. Abb. 2a). Abb. 9a zeigt einen Ausschnitt
aus einem etwa 1 m langen Web mit den beschichtungsfrei
gebliebenen Randstreifen.

Für die Beschichtung des Netzes sind Form der Düsenlippen
und Netzspannung von wesentlicher Bedeutung. Verschieden
hohe Düsenlippen (Höhendifferenz $\approx 0,5$ mm) führen auf der
Seite der höheren Lippe zu einer Netzüberschichtung mit
relativ glatter Oberfläche. Abb. 9b zeigt die glatte Seite
eines Web, das mit Netzverspannung und unterschiedlich
hohen Düsenlippen gezogen wurde; die Restwelligkeit beträgt
etwa 50 μm . Die Rückseite läßt Netz- und Fadenstruktur
deutlich erkennen (Abb. 9c); die Rauigkeit liegt hier bei
etwa 200 μm . - Schwache Netzspannung führt dazu, daß das
Netz in längsgewellter Form eingebaut wird; an den Wellen-
bäuchen können dann an der Weboberfläche Filamentenden auf-
treten.

4.4 Apparative Maßnahmen

Die wichtigsten apparativen Maßnahmen zur Regelung der Tem-
peratur, zur Einstellung eines horizontalen Kristallisa-
tionsprofils und zur störungsarmen Inkorporation des C-
Netzes sind im folgenden aufgelistet.

Maßnahme	Wirkung
<u>Kristallisationsprofil</u>	
Rundheizer	Temperatur von innen nach außen zunehmend; große Temperaturdifferenz; Profil unregelmäßig.
Rechteckheizer	Temperaturdifferenz am Spalt kleiner als bei Rundheizer; Netze ganzflächig beschichtbar; Profil gleichmäßiger als bei Rundheizer.
Lippenüberhöhung	Wirkt im Sinne einer gleichmäßigen Temperaturverteilung am Spalt; Profilform verbessert.
kleine Lippenbreite	Dickenwachstum kantendefiniert.
<u>Temperaturregelung</u>	
Schwere Wannenthalterung (I)	wärmeträg, schlecht regelbar
Leichte Wannenthalterung (II, III)	gut regelbar
Präzisionspotentiometer	Einstellung der Temperatur auf etwa 1° möglich
<u>Netzinkorporation</u>	
Spannrolle, Aufwicklung mit Spulenvorspannung	Ebene Netzführung
Lippenüberhöhung	Einseitige Überschichtung des Netzes

5. Ergebnisse

Folgende Ergebnisse wurden erhalten:

- S-Web-Länge und -Breite: Bei Beschichtung auf einer Breite von 60 mm beträgt die erreichbare Länge etwa 1 m. Sie ist beschränkt durch die derzeitige Größe des Si-Schmelzenvolumens. Breiten bis zu 9 cm wurden auf einer Länge von etwa 30 cm erreicht.
- Oberfläche: Hellglänzend; die glatte Seite hat eine flache Wellung entsprechend der Bandstruktur mit Höhenunterschieden von $\approx 50 \mu\text{m}$. Gelegentlich stehen Carbonfaserenden, z.T. als SiC, vor. Die Rückseite zeigt deutliche Netzstruktur mit einer Gesamtrauhigkeit von z.B. $200 \mu\text{m}$.
- Die Dicke des Webs liegt je nach Temperatureinstellung und Ziehgeschwindigkeit zwischen 0,3 und 0,7 mm, innerhalb eines Webs bei guter Konstanz z.B. zwischen 0,3 und 0,4 mm über die Breite. Dazu kommt der nicht inkorporierte Anteil des Netzes mit einer Dicke von 0,1 - 0,2 mm.
- Mechanische Stabilität: Da derzeit noch ohne Nachheizzone gearbeitet wird, sind die S-Webs verspannt und können bei mechanischer Beanspruchung brechen.
- Ziehgeschwindigkeit: $\lesssim 4 \text{ cm/min}$, im allgemeinen 2 cm/min .
- Die Meniskusform konnte nicht einwandfrei beobachtet werden, so daß zu den theoretischen Erörterungen /7/ nicht Stellung genommen werden kann.
- Kornstruktur: In Ziehrichtung wird eine Vorzugsrichtung beobachtet. Die Körner sind fadenüberschreitend; typische Korngrößen liegen bei $6 \times 0,3 \text{ mm}^2$.

- Die Reproduzierbarkeit war bei Verwendung kleinmaschiger Netze ($2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$) bei drei in Abständen durchgeführten Versuchen zufriedenstellend.
- Messungen der elektrischen Eigenschaften sind bei dem derzeitigen Verunreinigungsgehalt des Netzes nicht sinnvoll.

6. Schlußfolgerungen

Nach dem gegenwärtigen Stand der Entwicklung erscheint die S-Web-Technik geeignet, in größerem Ausmaß Flächensilizium für die Solartechnik herzustellen. Problematisch sind derzeit noch die Verunreinigungen aus dem Carbonfasernetz, die Verspannungen und die vorstehenden Filamentenden. Als Lösungsmöglichkeiten werden verfolgt:

- Nachreinigung der Carbonfasernetze bei den Firmen Sigri, Ringsdorff und Schunk & Ebe.
- Verwendung einer Nachheizzone im unmittelbaren Anschluß an den Beschichtungsprozeß zum Abbau der Verspannungen.
- Verwendung von großmaschigen Netzen, deren Fäden beim Webprozeß in geringerem Maße aufspießen als die Fäden engmaschig gewobener Netze.

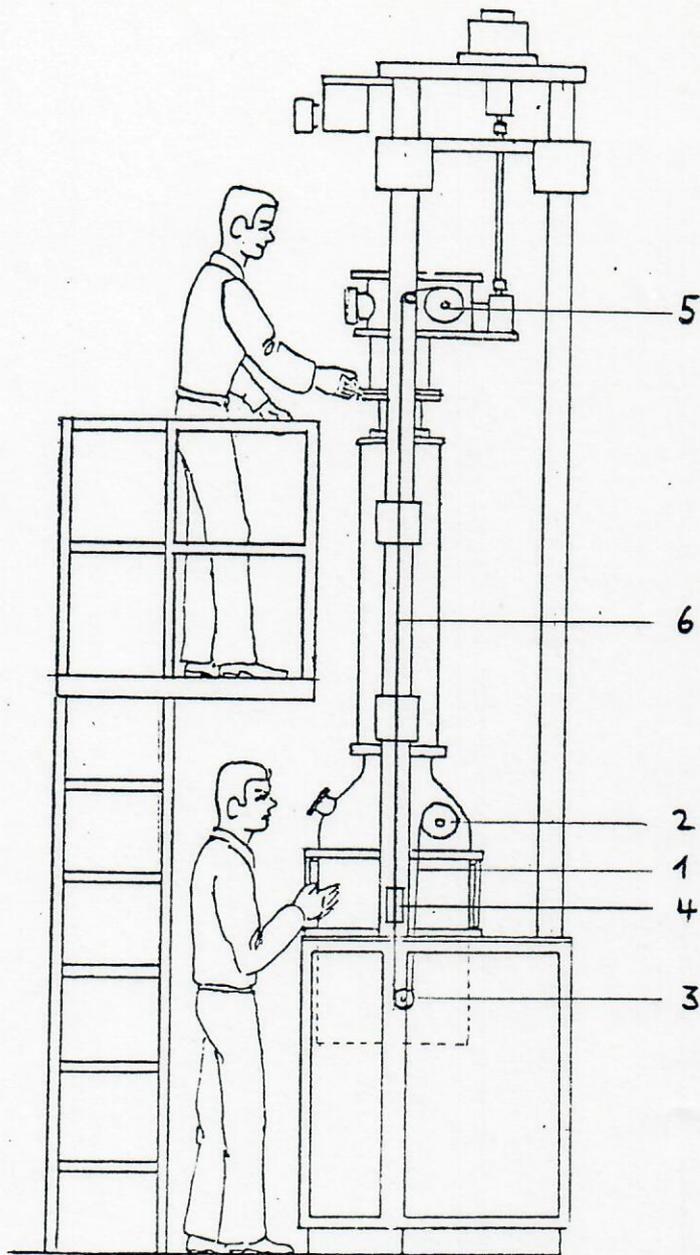
Diese Maßnahmen sollten geeignet sein, die Kristall- und Oberflächenqualität des S-Webs weiter zu verbessern.

H. Falden by G

H. Bernwitz

Literatur

- /1/ J.G.Grabmaier: Notiz (25.7.80)
- /2/ A.Aulich, H.Föll, B.Freienstein, K.Geim:
Laborbericht (5.6.81)
- /3/ R.Falckenberg, H.Föll: Notiz (14.12.81)
- /4/ B.Freienstein, H.Föll, K.Geim: Notiz (8.4.82)
- /5/ J.G.Grabmaier, H.Föll, B.Freienstein, K.Geim:
Vortrag bei "Fourth EC Photovoltaic Solar Energy
Conference", May 82, Stresa
- /6/ J.G.Grabmaier, H.Föll, H.Aulich, B.Freienstein:
Vortrag im Symposium über "Materials and New
Processing Technologies for Photovoltaics",
161. El.-chem. Soc. Spring Meeting, May 82, Montreal
- /7/ H.Föll: Laborbericht (3.8.82)
- /8/ J.Grabmaier: 3. Zwischenbericht zum Teilvorhaben 4.4:
Großflächensilizium S-Web-Technik, 1.7.-31.12.81 vom
25.2.82
- /9/ R.Falckenberg: Notiz (27.4.81)
- /10/ G.Hoyler: Notiz (2.8.82)
- /11/ G.Hoyler: Notiz (25.11.82)



24.10.1951 *L. G. G.*

Abb. 1a: S-Web-Anlage II zum Ziehen von Si-Bändern nach der S-Web-Technik.

- 1 - Carbonfasernetz
- 2 - Abspulrolle
- 3 - Umlenkrolle
- 4 - Beschichtungsvorrichtung (Ziehdüse mit Schmelzwanne)
- 5 - Aufwickelvorrichtung für Netz
- 6 - S-Web

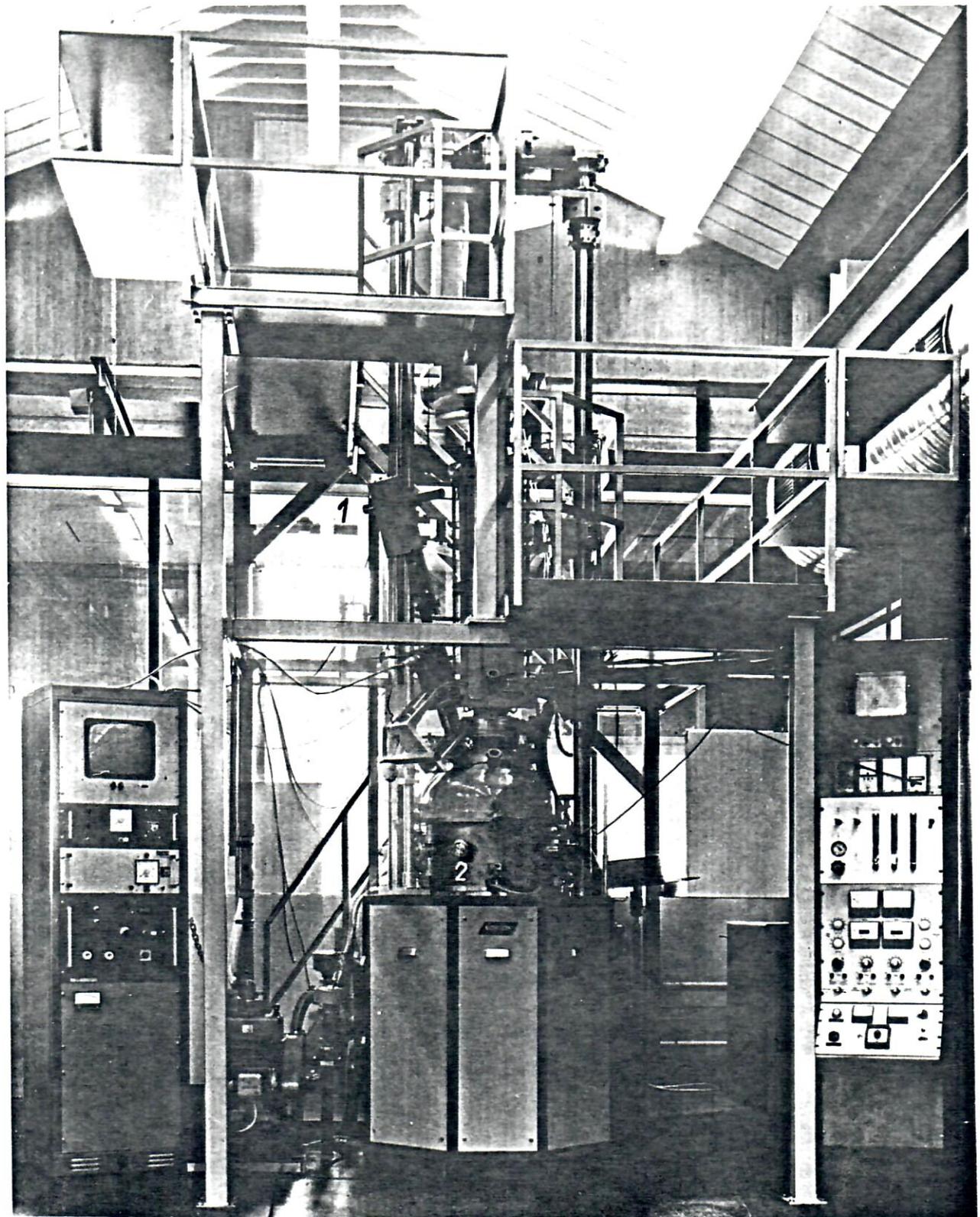


Abb. 1b: S-Web-Anlage II. Modifizierte Tiegelziehenanlage mit Netzabspul- und -aufwickelvorrichtung, Ziehlänge im Vakuum 180 cm. Arbeitsbühne, TV-Beobachtungseinrichtung (1), Zusatzkessel (2)

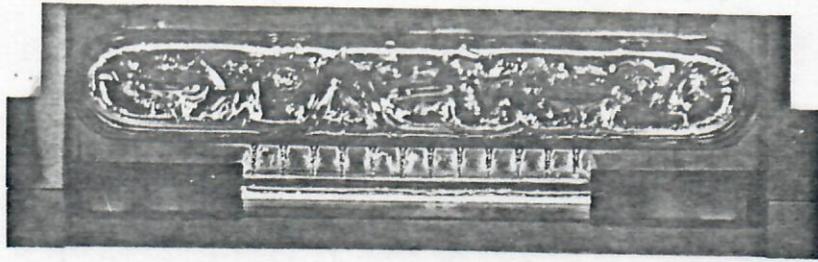


Abb. 2a: Schmelzwanne mit Ziehdüse für 60 mm breites Web, Draufsicht. 0,75x. In Wanne und Spalt befindet sich erstarrtes Si. Die Ausnehmungen seitlich der Ziehdüse ermöglichen die freie Durchführung der abgespreizten und teilweise versprödeten Enden der Schußfäden.

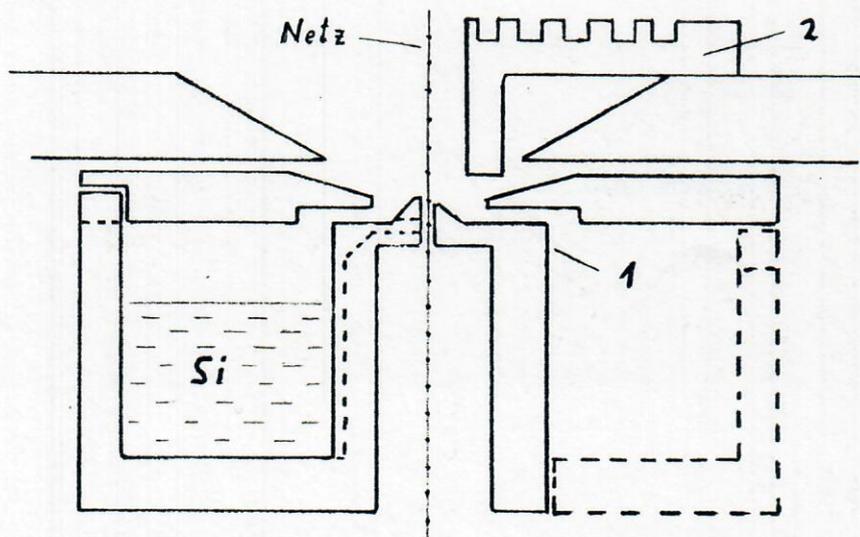


Abb. 2b: Querschnitt durch Wanne und Ziehdüse mit Abdeckungen, M 2:1. Einige Abmessungen: Kapillaren senkrecht 1,4 \emptyset , waagrecht 1,2 \emptyset , Spaltbreite 0,9 mm, Lippenbreite 0,3 mm, Höhendifferenz der Lippen 0,5 mm.

- 1 bezeichnet die Stelle, an welcher die Temperatur gemessen wurde.
- 2 ist ein Graphitklotz, welcher die Bedampfung des Web verringert. M 2:1.

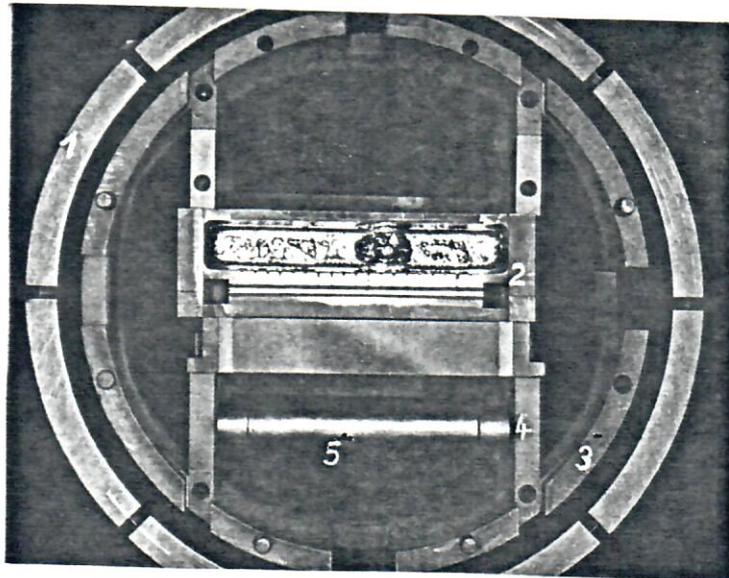


Abb. 3a: Rundheizer (1) mit Schmelzwanne und Ziehdüse (2), Halterung I. Die Halterung besteht aus einem Graphittiegel (3), in den Graphitplatten (4) zur Befestigung von Wanne, Düse und Umlenkrolle (5) eingelassen sind. Abdeckung und äußerer Abschirmzylinder sind entfernt. 0,35x.

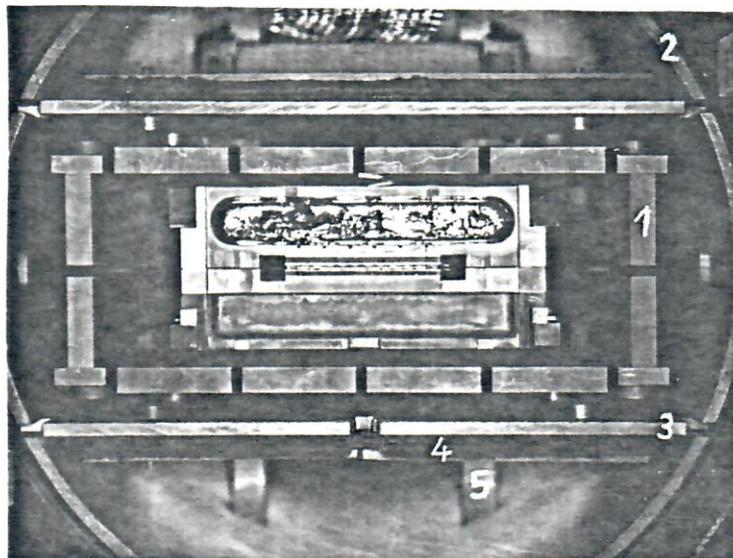
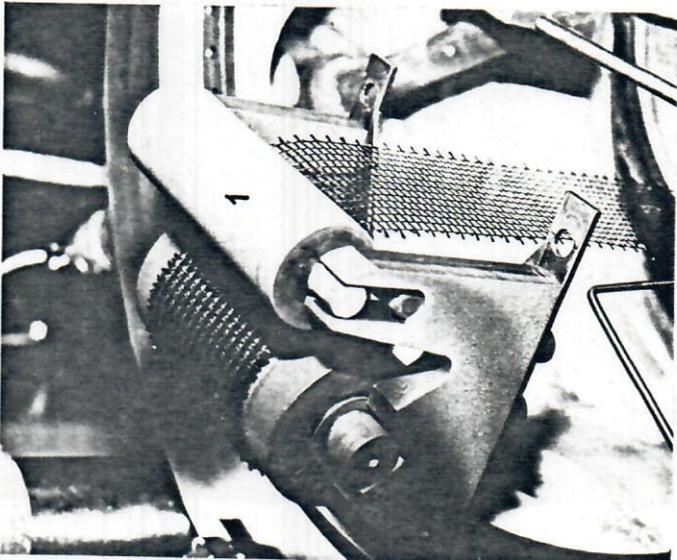
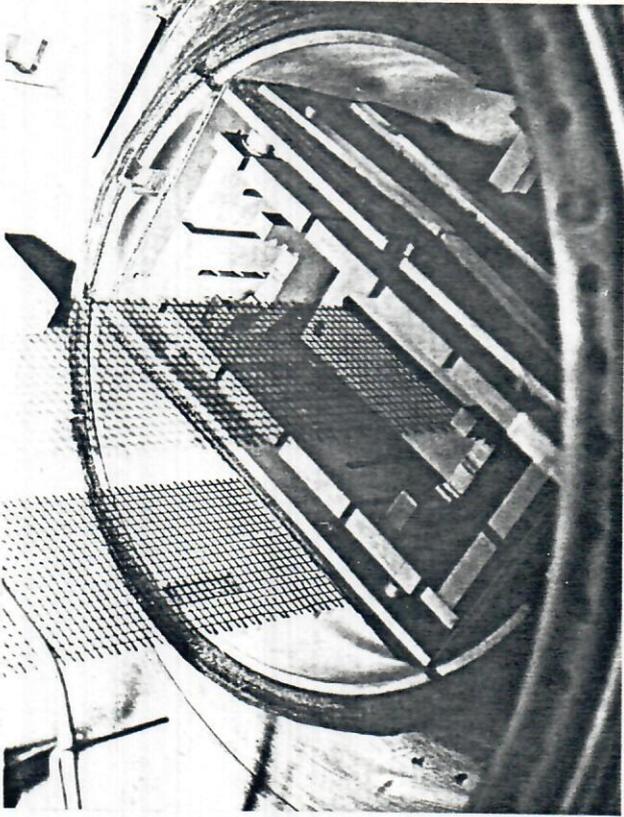


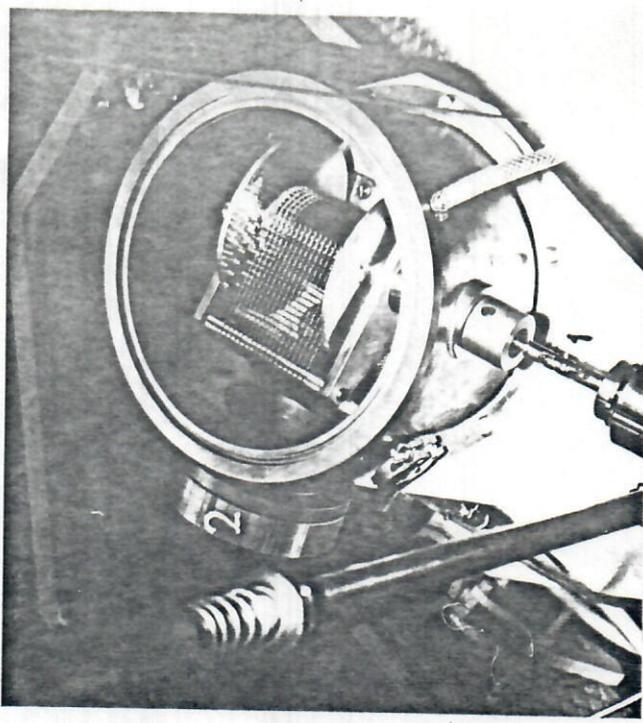
Abb. 3b: Rechteckheizer und Halterung III mit Isolation. Wanne und Düse sind an Graphitplatten befestigt, die von unten in den Heizer (1) ragen. Die Isolation besteht aus Abschirmzylinder (2) und -platten (3), beide mit zwei Lagen Graphitfilz (4) nach außen abgedeckt. Der Zylinder dient zugleich als Abstützung für die Wannenhalterung (5). 0,35x.



a



b



c

Abb. 4:

Netzführung

- a - Abspulvorrichtung mit Spannrolle (1) aus Graphit
- b - Führung des Netzes durch den Heizer für die Beschichtungsvorrichtung
- c - Aufwickelvorrichtung; Antrieb mit Kardanwelle (1), Beobachtungsfenster (2).

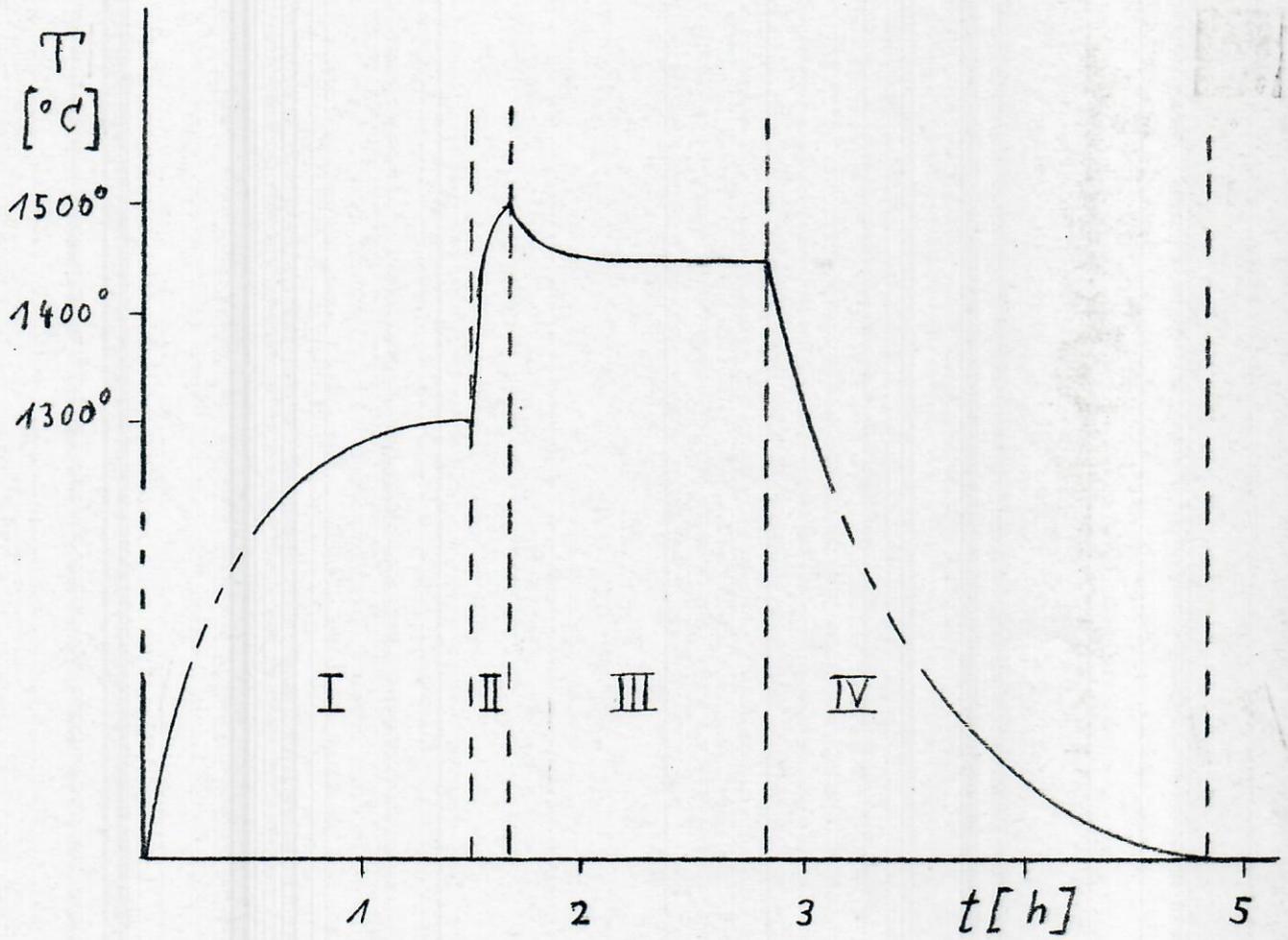


Abb. 5: Temperaturverlauf während des Prozesses.

- I Einstellung des thermischen Gleichgewichts in der Apparatur
- II Einschalten der Netzbewegung, Füllen der Ziehdüse mit Si-Schmelze
- III Kontinuierliches Absenken der Temperatur bis zum Einsetzen des Kristallisationsvorgangs, Netzbeschichtung
- IV Abkühlung

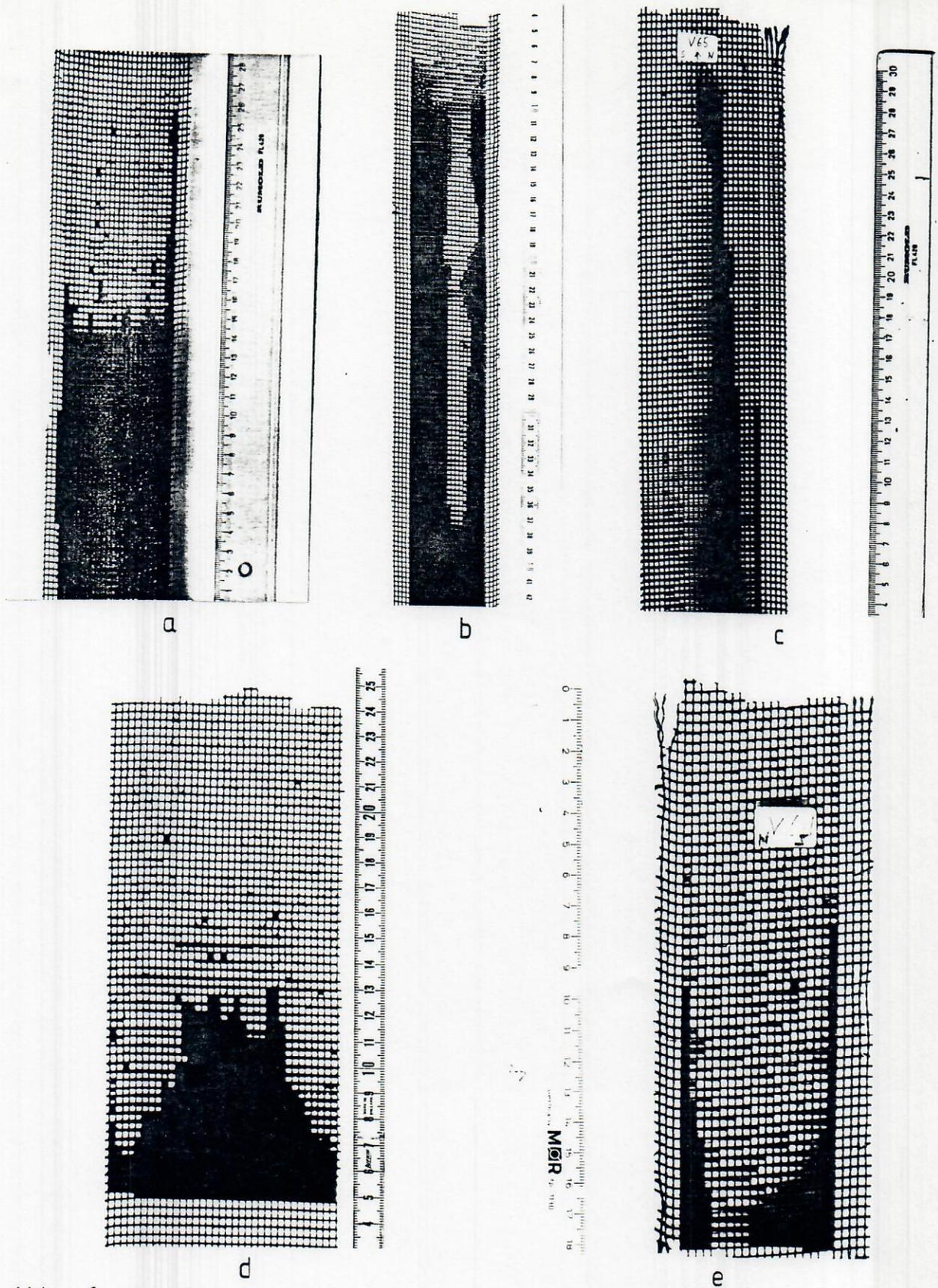
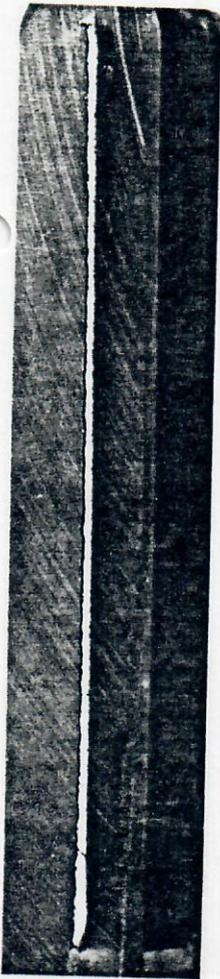


Abb. 6a-e: Kristallisationsprofile an Carbonfasernetzen, Maschengröße $2,5 \times 2,5 \text{ mm}^2$. Die Profilform hängt vom Temperaturverlauf längs der Ziehduße sowie von Ziehgeschwindigkeit und Temperaturabsenkrate ab. Sind die Temperaturunterschiede längs der Ziehduße groß, so wird das Web fest, kurz nachdem oder kurz bevor die ganze Netzbreite beschichtet ist (Abb. d bzw. e); durch Temperaturerhöhung und damit verbundenes Abschmelzen des Si läßt sich das Web wieder von der Ziehduße lösen.

Abb. 7:

Querschliff durch ein S-Web senkrecht zur Ziehrichtung. Die seitlichen Enden weisen eine Verdickung auf, weil hier die Temperatur während des Ziehprozesses niedriger als in der Webmitte ist (Unterschied im Verhältnis Si-Volumen / Größe der abstrahlenden Oberfläche). 2x.



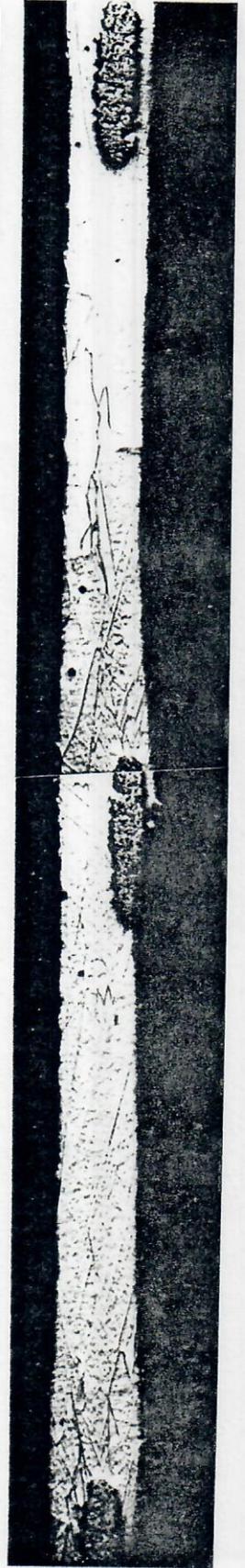
a

5mm

Abb. 8:

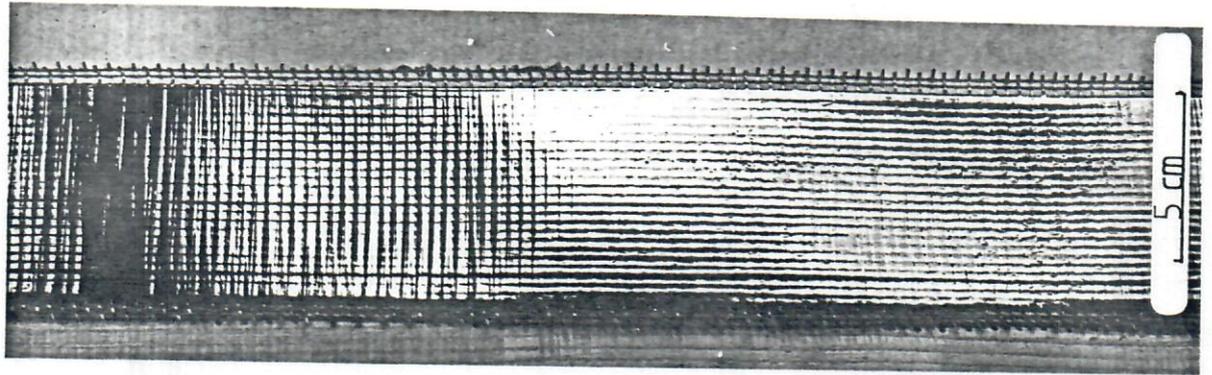
- a - Oberfläche als grown. Die Kornstruktur des S-Web weist eine Vorzugsrichtung in Ziehrichtung auf (6x).
- b - Querschliff in Ziehrichtung. Die Körner sind bei geeigneten Ziehbedingungen fadenüberschreitend (50x).

1mm

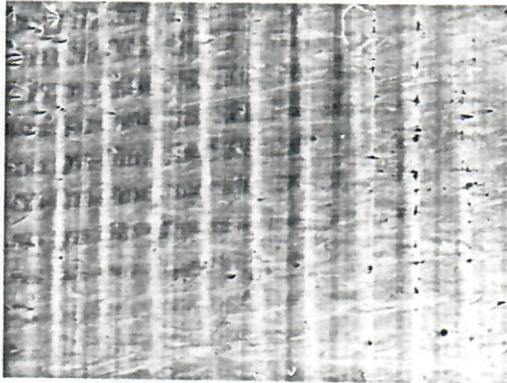


b

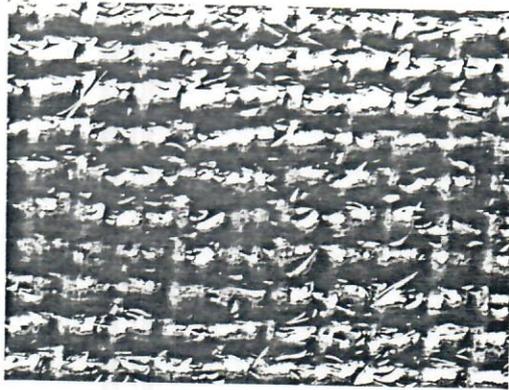
a



b



c



- Abb. 9: a - Ausschnitt aus einem etwa 1 m langen S-Web mit den beschichtungsfrei gebliebenen Randstreifen.
- b - Überschichtete Netzseite mit einigen hervorstehenden Fadenenden (oben rechts); die Restwelligkeit dürfte bei etwa $50 \mu\text{m}$ liegen (2x).
- c - Die Webrückseite läßt die Netz- und Fadenstruktur deutlich erkennen; die Rauigkeit dürfte bei etwa $200 \mu\text{m}$ liegen (2x).